SNI 3476-2:2017

Standar Nasional Indonesia

Analisis kadar lengas total contoh batubara – Bagian 2: Batubara peringkat tinggi (*hard coal*)

ICS 73.040

Badan Standardisasi Nasional

Daftar isi

Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) 3476-2:2017, *Analisis kadar lengas total contoh batubara - Bagian 2: Batubara peringkat tinggi (hard coal),* merupakan revisi dari SNI 13-3476-1994, *Analisis kadar lengas total contoh batubara*. Revisi tersebut meliputi perubahan substansi untuk memperjelas dalam menganalisis kadar lengas total dari contoh batubara. Perubahan substansi dari standar ini dengan standar edisi sebelumnya terdapat pada judul, ruang lingkup, istilah dan definisi, prinsip, peralatan, prosedur, dan pelaporan. Perubahan tersebut sesuai dengan kebutuhan dalam proses analisis.

Standar ini merupakan bagian dari seri SNI 3476, *Analisis kadar lengas total contoh batubara*, yang terdiri dari 2 bagian yaitu:

- Bagian 1: Batubara semua peringkat
- Bagian 2: Batubara peringkat tinggi (hard coal)

Tujuan dari perumusan SNI ini adalah untuk menyeragamkan pemakaian standar uji khususnya dalam melakukan analisis kadar lengas total dari contoh batubara, sehingga hasil yang diharapkan dapat dipercaya dan diakui oleh nasional maupun internasional.

Standar ini dirumuskan oleh Komite Teknis 73-01 Komoditas Pertambangan Mineral dan Batubara melalui proses perumusan standar dan terakhir dibahas dalam rapat konsensus pada tanggal 20 Juli 2017 di Jakarta yang dihadiri oleh perwakilan dari pemerintah, produsen, konsumen dan institusi terkait lainnya.

Standar ini telah melalui tahapan konsensus nasional, yaitu Jajak Pendapat pada periode 6 September 2017 sampai dengan 4 November 2017 dan dinyatakan kuorum dan disetujui.

Standar ini disusun berdasarkan ketentuan yang tercantum dalam Peraturan Kepala Badan Standardisasi Nasional Nomor 4 Tahun 2016 Tentang Pedoman Penulisan Standar Nasional Indonesia.

Perlu diperhatikan bahwa kemungkinan beberapa unsur dari dokumen standar ini dapat berupa hak paten. Badan Standardisasi Nasional tidak bertanggungjawab untuk pengidentifikasian salah satu atau seluruh hak paten yang ada.

Pendahuluan

Batubara adalah suatu senyawa hidrokarbon yang sangat kompleks, yang secara garis besar mengandung bahan organik (*organic matter*), kelengasan (*moisture*), dan bahan mineral (*mineral matter*).

Kelengasan yang terkandung dalam batubara terdiri atas lengas bebas (*free moisture*) dan lengas sisa (*residual moisture*). Jumlah lengas bebas dan lengas sisa dalam basis yang sama dari contoh batubara dinyatakan sebagai lengas total (*total moisture*). Kadar lengas total dari contoh batubara diperlukan dalam pelaporan hasil analisis batubara dalam kondisi contoh saat diterima (*as received*).

Dengan demikian, standar ini diharapkan dapat menghilangkan kerancuan dalam melaksanakan analisis kadar lengas total dalam contoh batubara oleh pelaksana laboratorium, sehingga memberikan kepastian kualitas bagi para pemangku kepentingan.

Analisis kadar lengas total contoh batubara – Bagian 2: Batubara peringkat tinggi (*hard coal*)

1 Ruang lingkup

Standar ini menjelaskan dua metode analisis kadar lengas total untuk batubara peringkat tinggi (*hard coal)*, yaitu metode dua tahap dan metode satu tahap. Metode tersebut terdapat dua pilihan yaitu pengeringan udara dan pengeringan dalam suasana nitrogen. Pengeringan dalam suasana nitrogen cocok untuk semua jenis batubara peringkat tinggi, sementara pengeringan dengan udara hanya cocok untuk batubara peringkat tinggi yang tidak mudah teroksidasi.

CATATAN Istilah ˝tidak mudah teroksidasi˝ tidak dapat didefinisikan dengan mudah. Biasanya batubara peringkat tinggi seperti antrasit termasuk jenis batubara yang tidak teroksidasi di bawah kondisi yang dijelaskan dalam standar ini. Semua jenis batubara yang lain harus diverifikasi melalui eksperimen.

2 Acuan normatif

SNI 8438:2017, *Pengambilan contoh batubara secara mekanis*

SNI 3475-2:2017, *Preparasi contoh batubara untuk analisis dan/atau pengujian – Bagian 2: Produk akhir berukuran 212 µm*

ISO 18283:2006 (E), *Hard coal and coke – Manual sampling*

3 Istilah dan definisi

3.1
pengeringan udara
pengeringan parsiap contoh batubara, sampai mendekati kesetimbangan dengan kondisi suhu ruang pada saat akan dilakukan proses pengecilan ukuran/pembagian

3.2
kadar lengas bebas
berat yang hilang yang dinyatakan dalam persen, dihasilkan dari setiap tahapan pengeringan udara

3.3
kesetimbangan *(equilibrium)*
kondisi yang dicapai pada saat pengeringan udara, ketika terjadi perubahan berat contoh di bawah kondisi suhu udara ruang, ketika perubahan berat contoh tidak lebih dari 0,2 %

3.4
lengas sisa (*residual moisture*)
kadar lengas yang tersisa dari contoh setelah proses pengeringan udara

3.5
lengas total

jumlah seluruh lengas yang terdapat pada batubara dalam bentuk lengas lembap dan lengas bebas pada kondisi saat batubara tersebut diambil contohnya atau pada kondisi saat batubara tersebut diterima

3.6
hard coal
batubara peringkat tinggi

4 Prinsip

4.1 Prinsip metode dua tahap

4.1.1 Pengeringan dua tahap dalam suasana nitrogen

Contoh dikeringudarakan pada suhu ruang atau dinaikkan suhunya tidak lebih dari 40 °C dan kehilangan berat dicatat (tahap pertama:analisis lengas bebas). Contoh yang sudah dikeringkan, dikecilkan sampai ukuran 2,8 mm (*top size*) dan subcontoh dikeringkan antara suhu 105 °C sampai 110 ˚C dalam oven dialiri gas nitrogen (tahap ke dua:analisis lengas sisa).

CATATAN Lengas sisa disebut juga kelengasan dalam contoh kering udara.

Kelengasan dapat dihitung dari kehilangan berat pada setiap tahap.

4.1.2 Pengeringan dua tahap dalam suasana udara kering

Contoh dikeringudarakan pada suhu ruang atau dinaikkan suhunya tidak lebih dari 40 °C dan kehilangan berat dicatat (tahap pertama: analisis lengas bebas). Contoh yang sudah dikeringkan, dikecilkan sampai ukuran 2,8 mm (*top size*) dan subcontoh dikeringkan antara suhu 105 °C sampai 110 °C dalam oven dialiri udara kering (tahap ke dua: analisis lengas sisa)

CATATAN Metode ini hanya cocok digunakan hanya untuk batubara peringkat tinggi (*hard coal*) bukan untuk batubara yang mudah teroksidasi.

4.2 Prinsip metode satu tahap

4.2.2 Pengeringan satu tahap dalam suasana nitrogen

Contoh dikecilkan sampai berukuran 11,2 mm (*top size*) atau alternatif 10 mm (*top size*). Subcontoh dikeringkan dalam oven yang telah dialiri nitrogen dalam suhu antara 105 °C sampai 110 °C. Kelengasan dapat dihitung dari kehilangan berat.

4.2.3 Pengeringan satu tahap dalam suasana udara kering

Contoh dikecilkan sampai berukuran 11,2 mm (*top size*) atau alternatif 10 mm (*top size*). Subcontoh dikeringkan dalam oven yang telah dialiri udara kering dalam suhu antara 105 °C sampai 110 °C. Kelengasan dapat dihitung dari kehilangan berat.

CATATAN Metode ini hanya cocok digunakan hanya untuk batubara peringkat tinggi bukan untuk batubara yang mudah teroksidasi.

5. Bahan dan peralatan

5.1 Bahan

Gas nitrogen bebas air mempunyai kandungan oksigen tidak lebih dari 30 µl/l.

5.2 Peralatan

5.2.1 Peralatan metode dua tahap

a. Oven

Analisis kadar kelengasan pada tahap pertama, oven harus mampu diatur pada suhu 30 ˚C sampai 40 ˚C, mempunyai kemampuan tingkat perubahan udara yang cepat (5 kali per jam). Aliran udara harus diatur sedemikian rupa, sehingga tidak ada partikel batubara yang keluar dari pan.

b. Oven yang dialiri nitrogen

Analisis kadar kelengasan tahap kedua, oven harus mampu diatur pada suhu antara 105 °C sampai 110 °C, sambil dialiri nitrogen kering dengan kecepatan alir 15 kali volume oven per jam. Kecepatan gas harus diatur sedemikian rupa agar tidak ada partikel batubara yang keluar dari cawan.

c. Oven yang dialiri udara kering

Analisis kadar kelengasan tahap kedua, oven harus mampu diatur pada suhu antara 105 °C sampai 110 °C, mempunyai kemampuan tingkat perubahan udara yang cepat (5 kali per jam). Aliran udara harus diatur sedemikian rupa, sehingga tidak ada partikel batubara yang keluar dari cawan.

5.2.2 Peralatan metode satu tahap

a. Oven yang dialiri nitrogen

Mampu diatur pada suhu antara 105 °C sampai 110 °C, sambil dialiri nitrogen kering dengan kecepatan alir 15 kali volume oven per jam. Kecepatan aliran gas harus diatur sedemikian rupa agar tidak ada partikel batubara yang keluar dari pan.

b. Oven yang dialiri udara kering

Mampu diatur pada suhu antara 105 °C sampai 110 °C, mempunyai kemampuan tingkat perubahan udara yang cepat (5 kali per jam). Kecepatan aliran udara harus diatur sedemikian rupa, sehingga tidak ada partikel batubara yang keluar dari pan.

5.2.3 Peralatan metode satu tahap dan dua tahap

a. Pan terbuat dari bahan yang tahan panas dan antikorosi. Terdiri dari berbagai ukuran, sehingga dapat memuat batubara dengan ketebalan tidak melebihi 1 g/cm2.
b. Cawan berupa wadah berbahan kaca, silika atau logam yang tahan korosi, dengan tutupnya, dan dapat memuat batubara dengan ketebalan tidak melebihi dari 0,3 g/cm^2.
c. Peralatan untuk pengecilan ukuran butir (dari 11,2 mm atau 10 mm dan 2,8 mm), dan tidak menyebabkan hilangnya kadar kelengasan secara signifikan dalam contoh tersebut.

d. Timbangan, dengan ketelitian 0,1 g.
e. Timbangan analitik, dengan ketelitian mendekati 1 mg.
f. Pembagi contoh (misalnya *riffle* untuk membagi contoh).

6. Contoh

Contoh dapat langsung dikeringudarakan setelah pengambilan, tergantung dari berat dan ukuran terbesar dan fasilitas yang tersedia pada saat contoh akan diambil. Selajutnya, contoh diperkecil ukurannya sampai memenuhi ukuran untuk analisis kelengasan dalam contoh kering udara, di lokasi (*on-site treatment*). Kemungkinan lain, contoh keseluruhannya langsung dikirim ke laboratorium untuk analisis kelengasan.

6.1 Pengambilan dan penyiapan contoh

Pengambilan contoh secara mekanis mengacu pada SNI 8438:2017.
Penyiapan contoh mengacu pada SNI 3475-2:2017.
Pengambilan contoh secara manual mengacu pada ISO 18283:2006 (E).

6.2 Peringatan untuk menghindari kehilangan kelengasan

Salah satu kesulitan dalam analisis lengas total adalah meminimalkan perubahan dari kadar kelengasan dalam contoh selama penyiapan contoh sampai ke penyiapan contoh akhir. Kehati-hatian harus dijaga untuk meminimalkan perubahan kadar kelengasan sehubungan dengan penggunaan wadah yang tidak sesuai dan terjadinya penguapan selama penanganan contoh, terutama untuk batubara yang sangat basah. Semua contoh harus dikemas dalam wadah tertutup rapat, disimpan di tempat yang sejuk sebelum dan sesudah penyiapan contoh, selain itu kehilangan kelengasan harus dijaga selama tahapan penanganan contoh.

Kehati-hatian diperlukan untuk meminimalkan perubahan kelengasan selama pengecilan ukuran partikel, misalnya peralatan pengecil ukuran yang biasa digunakan seperti alat pelumat yang cenderung menghasilkan panas. Dalam penyiapan contoh sebaiknya peralatan yang digunakan tidak menghasilkan panas dan meminimalkan udara yang mengalir melalui penggerus pada alat pengecil ukuran. Selain itu kehati-hatian harus dilakukan dalam pembagian contoh dan seluruh kegiatan harus dilakukan sesegera mungkin.

7 Prosedur

7.1 Metode dua tahap

7.1.1 Tahap pertama - analisis kadar lengas bebas

a. Timbang pan kosong yang kering, catat beratnya (m_1).
b. Masukkan contoh ke dalam pan dan ratakan dengan ketebalan lapisan batubara tidak melebihi dari 1,5 kali (*top size*) atau memiliki berat 1 g/cm^2. Jika jumlahnya terlalu banyak untuk satu pan, dapat digunakan dua atau lebih.
c. Timbang kembali pan dan contoh hingga ketelitian 0,1 g, catat beratnya (m_2).
d. Keringkan pada suhu ruang atau untuk mempercepat pengeringan contoh, dapat digunakan oven dengan suhu maksimum 40 °C.
e. Jika pengeringan menggunakan oven, keluarkan pan dan contoh dari oven kemudian biarkan pada suhu ruang hingga mencapai kesetimbangan (*equilibrium*).

f. Timbang sampai berat konstan (m_3).
g. Hitung kadar lengas bebas dengan menggunakan persamaan (1).

CATATAN Berat konstan didefinisikan sebagai perubahan berat contoh antara dua penimbangan terakhir tidak melebihi 0,2 % absolut selama periode pengeringan berikutnya (25 % dari periode pengeringan pertama). Waktu pengeringan batubara peringkat rendah tidak boleh melebihi 18 jam, karena dapat terjadi oksidasi.

7.1.2 Tahap kedua – analisis kadar lengas sisa

7.1.2.1 Analisis kadar lengas sisa – menggunakan gas nitrogen

Setelah contoh dikeringkan, kemudian gerus dengan ukuran butir 2,8 mm (*top size*). Untuk analisis kadar lengas tahap kedua, harus dilakukan secepat mungkin, untuk menghindari banyaknya kandungan lengas yang hilang.

a. Timbang cawan kosong dan tutupnya, catat beratnya (m_1).
b. Timbang 10 g ± 1 g contoh, kemudian sebarkan di dalam cawan.
c. Timbang kembali cawan yang berisi contoh dan tutupnya, catat beratnya (m_2).
d. Masukkan cawan yang berisi contoh (dibuka tutupnya) ke dalam oven yang telah dialiri gas nitrogen (dengan laju alir 15 kali volume oven per jam) pada suhu antara 105 °C sampai 110 °C.
e. Jika sudah didapatkan berat konstan (selisih perbedaan berat 0,2 %), maka pengeringan dihentikan. Keluarkan cawan yang berisi contoh dan tutupnya dari dalam oven, masukkan ke dalam desikator.
f. Timbang kembali setelah dingin, catat beratnya (m_3).
g. Hitung kadar lengas sisa menggunakan persamaan (2).
h. Hitung kadar lengas total menggunakan persamaan (3).

7.1.2.2 Analisis kadar lengas sisa - menggunakan udara kering

a. Timbang cawan kosong dan tutupnya, catat beratnya (m_1).
b. Timbang 10 g ± 1 g contoh, kemudian sebarkan di dalam cawan.
c. Timbang kembali cawan yang berisi contoh dan tutupnya, catat beratnya (m_2).
d. Masukkan cawan yang berisi contoh (dibuka tutupnya) ke dalam oven yang telah dialiri udara (dengan laju alir 5 kali volume oven per jam) pada suhu antara 105 °C sampai 110 °C.
e. Jika sudah didapatkan berat konstan (selisih perbedaan berat 0,2 %), maka pengeringan dihentikan. Keluarkan cawan yang berisi contoh dan tutupnya dari dalam oven, masukkan ke dalam desikator.
f. Timbang kembali setelah dingin, catat beratnya (m_3).
g. Hitung kadar lengas sisa menggunakan persamaan (2).
h. Hitung kadar lengas total menggunakan persamaan (3)

CATATAN Berat konstan didefinisikan sebagai perubahan berat contoh antara dua penimbangan terakhir tidak melebihi 0,2 % absolut selama periode pengeringan berikutnya (25 % dari periode pengeringan pertama). Waktu pengeringan batubara peringkat rendah tidak boleh melebihi 18 jam, karena dapat terjadi oksidasi.

7.2 Metode satu tahap analisis lengas total

7.2.1 Pengeringan – gas nitrogen

a. Gerus contoh menjadi ukuran butir 11,2 mm atau 10 mm (*top size*).
b. Bagi masing-masing menjadi minimal 600 g.
c. Timbang pan kosong, catat beratnya (m_1).
d. Masukkan contoh ke dalam pan dan ratakan dengan ketebalan lapisan batubara tidak melebihi dari 1,5 kali (*top size)* atau memiliki berat 1 g/cm^2. Apabila jumlah contoh berlebih, bisa menggunakan lebih dari dua pan.
e. Timbang kembali pan dan contoh (m_2).
f. Masukkan pan yang berisi contoh ke dalam oven sambil dialiri gas nitrogen (dengan laju alir 15 kali volume oven per jam) pada suhu antara 105 °C sampai 110 °C.
g. Timbang sesegera mungkin (dalam 5 menit) dan saat masih panas, untuk menghindari terjadinya penyerapan kelengasan kembali selama pendinginan sampai didapat berat konstan dengan selisih perbedaan berat 0,2 % (m_3).
h. Hitung kadar lengas total (LT) menggunakan persamaan (5).

CATATAN Berat konstan didefinisikan sebagai perubahan berat contoh antara dua penimbangan terakhir tidak melebihi 0,2 % absolut selama periode pengeringan berikutnya (25 % dari periode pengeringan pertama). Waktu pengeringan batubara peringkat rendah tidak boleh melebihi 18 jam, karena dapat terjadi oksidasi.

7.2.2 Pengeringan - udara kering

a. Gerus contoh menjadi ukuran butir 11,2 mm atau 10 mm (*top size*).
b. Bagi masing-masing menjadi minimal 600 g.
c. Timbang pan kosong, catat beratnya (m_1).
d. Masukkan contoh ke dalam pan dan ratakan dengan ketebalan lapisan batubara tidak melebihi dari 1,5 kali (*top size*) atau memiliki berat 1g/cm^2. Apabila jumlah contoh berlebih, bisa menggunakan lebih dari dua pan.
e. Timbang kembali pan dan contoh (m_2).
f. Masukkan pan yang berisi contoh ke dalam oven sambil dialiri udara kering (dengan laju alir 5 kali volume oven per jam) pada suhu antara 105 °C sampai 110 °C.
g. Timbang sesegera mungkin (dalam 5 menit) dan saat masih panas, untuk menghindari terjadinya penyerapan kelengasan kembali selama pendinginan sampai didapat berat konstan dengan selisih perbedaan berat 0,2 % (m_3).
h. Hitung kadar lengas total (LT) menggunakan persamaan (5).

CATATAN Berat konstan didefinisikan sebagai perubahan berat contoh antara dua penimbangan terakhir tidak melebihi 0,2% absolut selama periode pengeringan berikutnya (25% dari periode pengeringan pertama). Waktu pengeringan batubara peringkat rendah tidak boleh melebihi 18 jam, karena dapat terjadi oksidasi.

8 Perhitungan

Kadar lengas bebas (LB), dinyatakan sebagai persentase berat, dihitung menggunakan Persamaan (1):

$$(LB = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100 \quad (1)$$

Keterangan :
LB = kadar lengas bebas (*as received*) (%)
m_1 = berat pan kosong (g)
m_2 = berat pan ditambah contoh sebelum dikeringkan (g)
m_3 = berat pan ditambah contoh setelah dikeringkan (g)

Kadar lengas sisa (LS), dinyatakan sebagai persentase berat, dihitung menggunakan Persamaan (2):

$$(LS = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100 \qquad (2)$$

Keterangan:
LS = kadar lengas sisa (*air dried basis*) (%)
m_1 = berat cawan dengan tutup (g)
m_2 = berat cawan dengan tutup ditambah contoh sebelum pengeringan (g)
m_3 = berat cawan dengan tutup ditambah contoh setelah pengeringan (g)

Kadar lengas total (LT) dihitung menggunakan Persamaan (3):

$$(LT = LB + \frac{LS \times (100 - LB)}{100} \qquad (3)$$

Keterangan:
LT = kadar lengas total (*as received*) (%)
LB = kadar lengas bebas (*as received*) (%)
LS = kadar lengas sisa (*air dried basis*) (%)

Jika telah terbukti bahwa kadar lengas sisa (LS), sama dengan kadar kelengasan contoh uji analisis umum (L), maka kadar lengas total (LT), dapat dihitung dari kadar lengas bebas (LB), dan kadar kelengasan contoh uji analisis umum (L), menggunakan Persamaan (4):

$$(LT = LB + \frac{L \times (100 - LB)}{100} \qquad (4)$$

Keterangan:
LT = kadar lengas total (*as received*) (%)
LB = kadar lengas bebas (*as received*) (%)
L = kadar kelengasan contoh uji analisis umum (%)

Kadar lengas total (LT) metode satu tahap dalam contoh dinyatakan sebagai persentase dari berat, dihitung menggunakan Persamaan (5):

$$(LT = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100 \qquad (5)$$

Keterangan :
LT = kadar lengas total (*as received*) (%)
m_1 = berat pan kosong (g)
m_2 = berat pan ditambah contoh sebelum pengeringan (g)
m_3 = berat pan ditambah contoh setelah pengeringan (g)

9 Ketelitian analisis

Repitabilitas hasil analisis duplo yang dilakukan di laboratorium yang sama, oleh analis yang sama, dengan menggunakan peralatan yang sama, pada saat yang bersamaan harus memiliki ketelitian sebagaimana tertera pada Tabel 1.

Reprodusibilitas hasil analisis yang dilakukan di laboratorium yang berbeda, kadar lengas total tidak boleh melebihi reprodusibilitas sebagaimana tertera pada Tabel 1.

Tabel 1 – Ketelitian analisis

Jenis analisis	Batas repitabilitas (%)	Batas kritis reprodusibilitas (%)
Lengas Sisa	0,3	-
Lengas Total	0,5	1,5

10 Pelaporan

Pelaporan hasil analisis harus mencantumkan informasi sebagai berikut.
1. Tanggal penerimaan contoh
2. Tanggal pelaksanaan analisis
3. Nomor contoh laboratorium
4. Kode contoh
5. Tanggal selesai analisis
6. Standar acuan
7. Analis / Penguji
8. Pemeriksa
9. Hasil

Bibliografi

SNI 3477-2:2017, *Analisis kadar kelengasan contoh batubara – Bagian 2: Aliran gas nitrogen*

ISO – 589: 2008 (E), *Hard Coal-Determination of Total Moisture*

Informasi pendukung terkait perumus standar

[1] Komite Teknis perumus SNI

Komite Teknis 73-01, Komoditas Pertambangan Mineral dan Batubara

[2] Susunan keanggotaan Komite Teknis perumus SNI

Ketua	: Muta'alim
Wakil Ketua	: Herni Khairunisa
Sekretaris	: Rosalina Febrianti
Anggota	: N. Tety Sumiati
	Edy Sanwani
	Untung Sukamto
	Banggas Budhy Aryanto
	Samsuri
	Dedi Gunawan
	Wiku Padmonobo
	Husaini
	Hilmiyati Putri
	Manik Widhi Astiti

[3] Konseptor rancangan SNI

Astuti Rahayu S.Si. – Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Mineral dan Batubara

[4] Sekretariat pengelola Komite Teknis perumus SNI

Direktorat Teknik dan Lingkungan
Direktorat Jenderal Mineral dan Batubara
Kementerian Energi dan Sumber Daya Mineral